

Request Form for Translation

The world of foreign prior art to you.



U.S. Serial No.: 09/884949  
 Requester's Name: Alisia Berman  
 Phone No.: 308-4638  
 Fax No.: 746-4577  
 Office Location: CM3-3D12  
 Art Unit/Org.: 1619  
 Group Director: John Dell  
 Is this for Board of Patent Appeals? NO

PTO 2002-1302

S.T.I.C. Translations Branch

Phone: 308-0881  
 Fax: 308-0989  
 Location: Crystal Plaza 3/4  
 Room 2C01

Date of Request: 1/17/02  
 Date Needed By: 2/17/02  
 (Please do not write ASAP-indicate a specific date)

SPE Signature Required for RUSH:Document Identification (Select One):

\*(Note: Please attach a complete, legible copy of the document to be translated to this form)\*

1. ☒ Patent Document No. 7-61907  
 Language Japanese  
 Country Code JP  
 Publication Date 3/7/95  
 (filled by STIC)  
 No. of Pages \_\_\_\_\_  
 2. ☐ Article Author \_\_\_\_\_  
 Language \_\_\_\_\_  
 Country \_\_\_\_\_  
 3. ☐ Other Type of Document \_\_\_\_\_  
 Country \_\_\_\_\_  
 Language \_\_\_\_\_

Document Delivery (Select Preference):

☒ Delivery to nearest EIC/Office Date: 1-22-02 (STIC Only)  
☐ Call for Pick-up Date: \_\_\_\_\_ (STIC Only)  
☐ Fax Back Date: \_\_\_\_\_ (STIC Only)

STIC USE ONLYCopy/Search

Processor: \_\_\_\_\_  
 Date assigned: \_\_\_\_\_  
 Date filled: \_\_\_\_\_  
 Equivalent found: \_\_\_\_\_ (Yes/No)

Doc. No.: \_\_\_\_\_  
 Country: \_\_\_\_\_

Remarks: \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

Translation

Date logged in: 1-17-02  
 PTO estimated words: \_\_\_\_\_  
 Number of pages: 37  
 In-House Translation Available: \_\_\_\_\_  
 In-House: \_\_\_\_\_ Contractor: \_\_\_\_\_  
 Translator: \_\_\_\_\_ Name: NW  
 Assigned: \_\_\_\_\_ Priority: 1  
 Returned: \_\_\_\_\_ Sent: 1-17-02  
 Returned: 1-22-02

To assist us in providing the most cost effective service, please answer these questions:

Will you accept an English Language Equivalent?

Yes (Yes/No)

Will you accept an English abstract?

NO (Yes/No)

Would you like a consultation with a translator to review the document prior to having a complete written translation?

NO (Yes/No)

## **DERWENT TERMS AND CONDITIONS**

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page: ["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)  
["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

(19)【発行国】 日本国特許庁 (J P)	(19)[ISSUING COUNTRY] Japanese Patent Office (JP)
(12)【公報種別】 公開特許公報 (A)	Laid-open (Kokai) patent application number (A)
(11)【公開番号】 特開平 7 - 6 1 9 0 7	(11)[UNEXAMINED PATENT NUMBER] Unexamined Japanese Patent 7-61907
(43)【公開日】 平成 7 年 ( 1 9 9 5 ) 3 月 7 日	(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION] March 7th, Heisei 7 (1995)
(54)【発明の名称】 油中水型乳化組成物	(54)[TITLE] Water-in-oil emulsion composition
(51)【国際特許分類第 6 版】 A61K 7/00                      N B C J  7/02 7/42 7/48	(51)[IPC] A61K 7/00                      N BCJ7/027/427/48
【審査請求】 未請求	[EXAMINATION REQUEST] UNREQUESTED
【請求項の数】    1	[NUMBER OF CLAIMS]    One
【出願形態】    O L	[Application form]    OL
【全頁数】    1 1	[NUMBER OF PAGES]    11
(21)【出願番号】 特願平 5 - 2 0 9 4 9 3	(21)[APPLICATION NUMBER] Japanese Patent Application No. 5-209493
(22)【出願日】 平成 5 年 ( 1 9 9 3 ) 8 月 2 4 日	(22)[DATE OF FILING] August 24th, Heisei 5 (1993)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

000000918

[ID CODE]

000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

Kao Corp. K.K.

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 塩屋 靖

Yasushi Shioya

【住所又は居所】

千葉県千葉市花見川区朝日ヶ丘  
1-3 花王寮234号

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 進邦 恒雄

Tsuneo Shinpou

【住所又は居所】

千葉県松戸市根木内123-1  
ライオンズマンション北小金2  
06号室

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 山木 和広

Kazuhiro Yamaki

【住所又は居所】

千葉県船橋市習志野台1-21  
-25-305

[ADDRESS]

(74)【代理人】

(74)[PATENT AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

有賀 三幸 (外 3 名)

Miyuki Ariga (et al.)

(57)【要約】

(57)[SUMMARY]

## 【構成】

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ 0.1～10重量%、(B) ポリオキシアルキレン変性シリコン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコン及びポリエーテル・アルキル変性シリコンからなる群より選ばれる一種又は二種以上 0.05～10重量%、(C) 油剤 5～90重量% 及び (D) 水 10～90重量% を含有する油中水型乳化組成物。

## 【効果】

この油中水型乳化組成物は、油剤中にシリコン油を多くの割合で含んでいても、乳化状態が良好で温度による影響を受けず、経時安定性にも優れている。また良好な感触や使用性を有するため、化粧品などの基剤として好適であり、きわめて有用性の高いものである。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

次の成分 (A) ～ (D) ;

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ

## [SUMMARY OF THE INVENTION]

(A) 0.1-10 weight% of the hydrophobic silicas which treated the surface with dimethyl polysiloxane, (B) 0.05-10 weight% of one or more kinds chosen out of the group comprising a polyoxyalkylene modified silicone, an alkyl glyceryl ether modified silicone, and a polyether \* alkyl modified silicone, (C) 5-90 weight% of oil substances and (D) 10-90 weight% of water. The water-in-oil emulsion composition containing the above.

## [EFFECTS]

This water-in-oil emulsion composition has favourable emulsification condition, and does not receive the influence by temperature, even when the silicone oil is contained at many ratio in the oil substance. It is excellent also in the time-dependent stability.

Moreover since it has the favourable touch and favourable usability, it is suitable as bases, such as cosmetics.

It is a highly useful thing very.

## [CLAIMS]

## [CLAIM 1]

It has the components following (A)- (D);

(A) 0.1-10 weight% of the hydrophobic silicas which treated the surface by the dimethyl

0. 1～10重量%、  
 (B) ポリオキシアルキレン変性シリコン、アルキルグリセリルエーテル変性シリコン及びポリエーテル・アルキル変性シリコンからなる群より選ばれる一種又は二種以上  
 0. 05～10重量%、  
 ( C ) 油 剤  
 5～90重量%、  
 ( D ) 水  
 10～90重量%  
 を含有することを特徴とする油中水型乳化組成物。

polysiloxane, (B) 0.05-10 weight% of one or more kinds chosen out of the group comprising a polyoxyalkylene modified silicone, an alkyl glyceryl ether modified silicone, and a polyether \* alkyl modified silicone, (C) Oil substance 5-90 weight%, (D) Water 10-90 weight%.

The water-in-oil emulsion composition characterized by the above-mentioned.

**【発明の詳細な説明】**

**[DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]**

**【0001】**

**[0001]**

**【産業上の利用分野】**  
 本発明は油中水型乳化組成物に関する。

**[INDUSTRIAL APPLICATION]**  
 This invention relates to a water-in-oil emulsion composition.

**【0002】**

**[0002]**

**【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】**  
 一般に、油中水型 (W/O型) 乳化組成物は、連続相が油相であるため、化粧品等に用いた場合にはべたついたりして使用感が悪いという欠点があった。そこで、さっぱりとした使用感や、耐油性・耐水性を得る目的で油剤としてシリコン油を配合することが行われてきたが、シリコン油を含む油相は分離等を生じやすく安定性に劣るという

**[A PRIOR ART and a PROBLEM ADDRESSED]**

Generally, the continuous phase of a water-in-oil (W/O type) emulsion composition is an oil phase. Therefore, when using for cosmetics etc., it is sticky and a feeling is bad. There was an above-mentioned disadvantage.

Then, compounding a silicone oil as an oil substance for obtaining the light feeling and oil resistance \* water resistance has been performed.

However, the oil phase containing a silicone oil tends to produce a separation etc. It is inferior in a stability. There was an above-

問題があった。

mentioned problem.

**【0003】**

従って、乳化状態の経時安定性に優れ、しかも良好な感触や使用性を有する油中水型乳化組成物の開発が望まれていた。

**[0003]**

Therefore, development of the water-in-oil emulsion composition which is excellent in the time-dependent stability of emulsification condition, and moreover has the favourable touch and favourable usability was desired.

**【0004】**

**【課題を解決するための手段】**

かかる実状に鑑み、本発明者らは鋭意研究を行った結果、乳化安定化剤として特定の疎水化シリカを用い、また、乳化剤として特定のシリコン系界面活性剤を用いて、油剤と水との乳化を行えば、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成した。

**[0004]**

**[SOLUTION OF THE INVENTION]**

In view of such actual condition, the present inventors studied earnestly.

The hydrophobic silica specific as an emulsification stabilizer as a result is used. Moreover, the silicone type surfactant specific as an emulsifier is used.

If emulsification with an oil substance and water is performed, it will discover that an above subject is solvable. This invention was completed.

**【0005】**

すなわち、本発明は次の成分  
(A) ~ (D) ;

(A) 表面をジメチルポリシロキサンで処理した疎水化シリカ

0.1 ~ 10 重量%、

(B) ポリオキシアルキレン変性シリコン、アルキルグリセリルエーテル変性

シリコン及びポリエーテル・アルキル変性シリコンからなる群より選ばれる

一種又は二種以上

0.05 ~ 10 重量%、

( C ) 油 剤

5 ~ 90 重量%、

( D ) 水

10 ~ 90 重量%

を含有することを特徴とする油

**[0005]**

That is, this invention contains the following components (A) - (D);

(A) 0.1-10 weight% of the hydrophobic silicas which treated the surface with dimethyl polysiloxane, (B) 0.05-10 weight% of one or more kinds chosen out of the group comprising a polyoxyalkylene modified silicone, an alkyl glyceryl ether modified silicone, and a polyether \* alkyl modified silicone, (C) Oil substance 5-90 weight%, (D) Water 10-90 weight%

The water-in-oil emulsion composition characterized by the above-mentioned is provided.

中水型乳化組成物を提供するものである。

**【0006】**

本発明における(A)成分の疎水性シリカはシリカの表面をジメチルポリシロキサンにより処理して疎水性を高めたものである。尚、本発明でシリカとは二酸化ケイ素の他、ケイ酸塩、ケイ酸等を含むものである。用いられるシリカの粒径は1~200nm、特に5~50nmが好ましい。また、シリカの比表面積は170cm<sup>2</sup>/g以上であることが好ましい。

**【0007】**

シリカの表面処理に用いられるジメチルポリシロキサンは、特に限定されないが、粘度が10~2000cs、特に50~500csのものが好ましい。また、その構造も直鎖状、分岐鎖状環状のいずれのものも使用することができる。ジメチルポリシロキサンは市販のものを用いることができ、例えば、「シリコーンオイルKF96」(信越化学(株)製、粘度100cs)等が使用される。

**【0008】**

シリカの表面に対するジメチルポリシロキサンの処理方法としては、特に限定されないが、例えば揮発性溶媒にジメチルポリシロキサンとシリカを分散、攪拌し、次いで溶媒を揮散させるといった公知の方法が挙げられる。

**[0006]**

The hydrophobic silica of (A) component in this invention is that which treated the surface of a silica with dimethyl polysiloxane and increased the hydrophobic nature.

In addition, a silica contains silicate others silicon dioxide, a silicic acid, etc. with this invention.

The grain size of the silica used is preferably 1-200 nm, in particular 5-50 nm.

Moreover, it is preferable that the specific surface area of a silica is 170 cm-squared/g or more.

**[0007]**

In particular the dimethyl polysiloxane used for the surface treatment of a silica is not limited.

However, viscosity 10-2000cs is preferable, in particular 50-500cs.

Moreover, as for the structure, any of straight and branched cyclic can be used.

A dimethyl polysiloxane can use a commercially available thing.

For example, "a silicone oil KF96" (made by a Shinetsu Chemical K.K., viscosity 100cs) etc. is used.

**[0008]**

It is not limited in particular as a processing method of the dimethyl polysiloxane with respect to the surface of a silica.

However, a dimethyl polysiloxane and a silica are dispersed, for example, in volatile solvent. It stirs.

Subsequently solvent is made to volatilize. The method of above-mentioned public knowledge is mentioned.



## 【0009】

また、シリカの表面に対するジメチルポリシロキサン処理量は被処理対照であるシリカに対して0.1～50重量%、特に1～30重量%が好ましい。

## 【0010】

本発明において、(A)成分の疎水化シリカは市販のものを用いることができ、例えば「アエロジル RY200」(日本アエロジル(株)製)等が使用される。

## 【0011】

かかる(A)成分の疎水化シリカは乳化安定性、製品系の粘度を考慮すると、本発明油中水型乳化組成物中に0.1～10重量%(以下、単に「%」で示す)、好ましくは0.2～5%配合される。また、組成物中の油相成分と(A)成分の疎水化シリカとの比が重量比で500:1～1:1となるのが好ましい。

## 【0012】

更に、本発明における(B)成分中、ポリオキシアルキレン変性シリコンとしては、例えば次の一般式(1)で表わされるものが好ましいものとして挙げられる。

## 【0013】

## 【化1】

## [0009]

Moreover, the throughput of the dimethyl polysiloxane with respect to the surface of a silica is preferably 0.1-50 weight%, in particular 1-30 weight% to the silica which is treated comparison.

## [0010]

In this invention, the hydrophobic silica of (A) component can use a commercially available thing.

For example, "an aerosil RY200" (made by Nippon Aerosil Co. Ltd.) etc. is used.

## [0011]

Considering an emulsion stability and the viscosity of a product system, the hydrophobic silica of such a (A) component is blended in an amount of 0.1 to 10weight% ("%" only shows hereafter), preferably 0.2-5% in this invention water-in-oil emulsion composition.

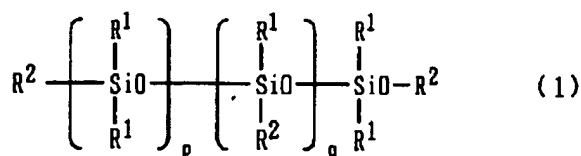
Moreover, the ratio of the oil phase component in a composition, and the hydrophobic silica of (A) component is 500:1-1:1 by weight ratio preferably.

## [0012]

Furthermore, as a polyoxyalkylene modified silicone in (B) ingredient in this invention, for example, what is expressed with the following general formula (1) is mentioned as desirable.

## [0013]

## [COMPOUND 1]

**【0014】**

[式中、R<sup>1</sup>は同一でも異なってもよく、それぞれメチル基又はフェニル基を、R<sup>2</sup>は同一でも異なってもよく、それぞれメチル基、基R<sup>3</sup> (OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>r</sub> (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>s</sub>O (CH<sub>2</sub>)<sub>t</sub> (R<sup>3</sup>は水素原子又は炭素数1～12のアルキル基を、tは1～5の数を、r及びsは平均値で、それぞれ0～35の数を示す) 又はフェニル基を示す。但し、R<sup>2</sup>のうち少なくとも1つは基R<sup>3</sup> (OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>r</sub> (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>s</sub>O (CH<sub>2</sub>)<sub>t</sub>を示し、残余はメチル基又はフェニル基を示す。p及びqは平均値で、pは1～200の数を、qは0～50の数を示す]

**[0014]**

[in the formula, R<sup>1</sup> may be the same or different, and is respectively a methyl group or a phenyl group. R<sup>2</sup> may be the same or different, and are respectively a methyl group, the group R<sup>3</sup>(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>r</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>s</sub>O(CH<sub>2</sub>)<sub>t</sub> (R<sup>3</sup> is hydrogen atom or the alkyl group of a 1-12C. t is the number of 1-5. r and s are mean values. and are the number of 0-35 respectively), or a phenyl group. However, at least one of the R<sup>2</sup>s shows group R<sup>3</sup>(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>r</sub>(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>s</sub>O(CH<sub>2</sub>)<sub>t</sub>. The remainder shows a methyl group or a phenyl group. P and q are mean values. p is the number of 1-200. q is the number of 0-50]

**【0015】**

かかるポリオキシアルキレン変性シリコーン(1)は市販されているものを使用することができ、その具体例としては、東レ・シリコーン社から販売されている「SH3775E」(ポリエーテル変性シリコーン)、信越シリコーン(株)から販売されている「KF6015」(ポリエーテル変性シリコーン)などが挙げられる。

**[0015]**

Such a polyoxyalkylene modified silicone (1) can use the thing is marketed.

As the example, "SH3775E" (polyether modified silicone) currently sold from the Toray \* silicone company, and "KF6015" (polyether modified silicone) etc. currently sold from Shinetsu silicone Co., Ltd. are mentioned.

**【0016】**

また、(B)成分の乳化剤中、グリセリルエーテル変性シリコーン

**[0016]**

Moreover, as glyceryl ether-modified silicone in the emulsifier of (B) ingredient, what is expressed with the following general formula (2)

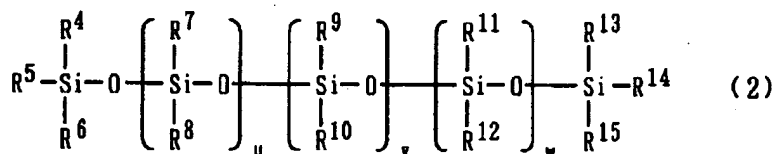
ンとしては、次の一般式 (2) is mentioned.  
 で表わされるものが挙げられ  
 る。

【0017】

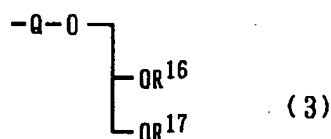
[0017]

【化2】

[COMPOUND 2]



〔式中、 $R^4 \sim R^{15}$ のうち、少なくとも1つは次式 (3)



【0018】

(式中、Qは炭素数3～20の二価炭化水素基を示し、 $R^{16}$ 及び $R^{17}$ はそれぞれ水素原子又は炭素数1～5の炭化水素基を示し、そのうち少なくとも一方は水素原子である) で表わされる基であり、残りが炭素数1～30の直鎖、分岐鎖もしくは環状の炭化水素基又は次式 (4)

[0018]

(In the formula, Q shows the divalence hydrocarbon group of carbon numbers 3-20.

$R^{16}$  and  $R^{17}$  respectively show the hydrocarbon group of a hydrogen atom or carbon number 1-5.

Among those at least one is a hydrogen atom). It is the group expressed with the above. The remainder is the straight, branched or cyclic hydrocarbon group of C1-C30, or the group expressed with the following formula (4)

【0019】

[0019]

【化3】



[COMPOUND 3]



【0020】

[0020]

(式中、Xはエーテル結合及び (In the formula, X shows the divalence

／又はエステル結合を含む二価炭化水素基を、 $R^{18}$ は炭素数1～30の直鎖、分岐鎖又は環状の炭化水素基を示す)で表わされる基であり、 $u$ 、 $v$ 及び $w$ は0以上2000以下の数を示し、 $u+v+w=0$ のとき $R^4 \sim R^6$ 、 $R^{13} \sim R^{15}$ のうち、少なくとも1つは基(3)を示す。ただし、 $R^4 \sim R^{15}$ のうち1つが、 $Q$ がトリメチレンで $R^{16}$ 及び $R^{17}$ が共に水素原子である基(3)であり、かつ残り全てがメチル基である場合を除く]

#### [0021]

上記の一般式(2)において、 $Q$ で示される炭素数3～20の二価炭化水素基としては、トリメチレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、ヘプタメチレン、オクタメチレン、ノナメチレン、デカメチレン、ウンデカメチレン、ドデカメチレン、テトラデカメチレン、ヘキサデカメチレン、オクタデカメチレン等の直鎖アルキレン基；プロピレン、2-メチルトリメチレン、2-メチルテトラメチレン、2-メチルペンタメチレン、3-メチルペンタメチレン等の分岐鎖アルキレン基等が挙げられる。 $R^{16}$ 又は $R^{17}$ で示される炭素数1～5の炭化水素基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、イソプロピル、sec-ブチル、tert-ブチル、ネオペンチル、シクロペンチル等の直鎖、分岐鎖又は環状のアルキル基等が挙げられる。また $X$ で示されるエーテル結合及び／又はエス

hydrocarbon group containing an ether bond and/or an ester bond.

$R^{18}$  shows the straight, branched or cyclic hydrocarbon group of C1-C30).

$U$ ,  $v$ , and  $w$  show 0 or more 2000 or less number.

At the time of  $u+v+w=0$ , at least one of  $R^4 - R^6$ ,  $R^{13}$ , -  $R^{15}$  is group (3).

However, it excludes the case where one among  $R^4 - R^{15}$  is a group (3) in which  $Q$  is a trimethylene, and both  $R^{16}$  and  $R^{17}$  are hydrogen atoms, and all the remainder are methyl groups}.

#### [0021]

In above-mentioned general formula (2), as the divalence hydrocarbon group of the carbon numbers 3-20 shown by  $Q$ , straight alkylene groups, such as a trimethylene, a tetramethylene, a pentamethylene, hexamethylene, hepta methylene, an octamethylene, nona methylene, decamethylene, a undeca methylene, a dodeca methylene, a tetra deca methylene, hexadeca methylene, and octa decamethylene; branched alkylene groups, such as a propylene, 2- methyl trimethylene, 2- methyl tetra methylene, 2- methyl pentamethylene, and a 3-methyl pentamethylene, etc. are mentioned.

As the hydrocarbon group of carbon number 1-5 shown by  $R^{16}$  or  $R^{17}$ , straight, branched, or cyclic alkyl group, such as methyl, ethyl propyl, a butyl, a pentyl, an isopropyl, sec-butyl, tert-butyl, neopentyl, and cyclopentyl, is mentioned. As the divalence hydrocarbon group containing the ether bond and/or the ester bond which are also shown by  $X$ ,

テル結合を含む二価炭化水素基としては

**【0022】**

—(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>b</sub>—(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>c</sub>—O—(ここでb及びcは0以上50以下の数、aは3以上20以下の整数)、—(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—O—CO—、—(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—COO—等が挙げられる。更に炭素数1～30の直鎖、分岐鎖又は環状の炭化水素基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、オクチル、デシル、ドデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、イコシル、ドコシル、テトラコシル、ヘキサコシル、オクタコシル、トリアコンチル等の直鎖アルキル基；イソプロピル、sec-ブチル、tert-ブチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、1-ヘプチルデシル等の分岐鎖アルキル基；シクロペンチル、シクロヘキシル、アビエチル、コレステリル等の環状アルキル基などが挙げられる。そして、u、v及びwは、原料となるオルガノハイドロジェンポリシロキサンへの入手のしやすさ、製造時の操作性などの点から、0以上2000以下の範囲とすることが好ましい。

**【0023】**

かかるグリセリルエーテル変性シリコーン(2)は、例えば特開平4-108795号公報に記載の方法により製造することができる。

**[0022]**

—(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>b</sub>—(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>c</sub>—O— (b and c here are the number of 0 - 50, and a is an integer of 3 - 20), —(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—O—CO—, —(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>—COO—, etc. are mentioned.

Furthermore as the straight, branched or cyclic hydrocarbon group of C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>, straight alkyl groups, such as methyl, ethyl propyl, a butyl, a pentyl, a hexyl, an octyl, a decyl, a dodecyl, a tetradecyl, hexadecyl, octadecyl, an icosyl, docosyl, tetracosyl, hexacosyl, the octacosyl, and triacontyl; branched alkyl groups, such as an isopropyl, sec-butyl, tert-butyl, neopentyl, 1-ethyl propyl, and 1-heptyl decyl; cycloalkyl groups, such as cyclopentyl, cyclohexyl, an abietyl, and cholesteryl, etc. are mentioned.

And, it is desirable to set u, v, and w, in the range of 0-2000 from points of the ease of an acquisition of the organo-hydrogen-polysiloxane as a starting material, and the operativity at the time of manufacture.

**[0023]**

Such a glyceryl ether modified silicone (2) can be produced, for example, by the method described in Unexamined Japanese Patent 4-108795 gazette.

## 【0024】

また、(B)成分の乳化剤中、ポリエーテル・アルキル変性シリコンとは、1分子中にポリオキシアルキレン基と炭素数6～16の炭化水素基を有する変性シリコンをいい、例えば次の式(5)で表わされるものであり、その製造法は例えば特公昭63-36620号公報に記載されている。

## [0024]

Moreover, the polyether \* alkyl modified silicone in the emulsifier of (B) ingredient, is the modified silicone which has a polyoxyalkylene group and the hydrocarbon group of carbon numbers 6-16 in one molecule. For example, it is expressed with the following formula (5).

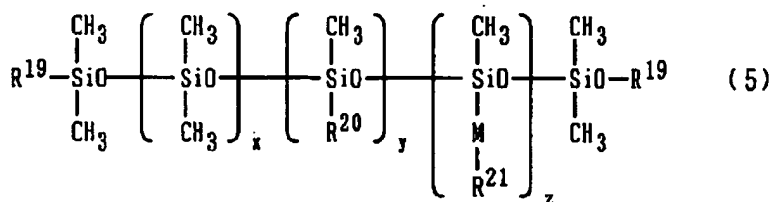
The manufacturing method is described by Japanese Patent Publication No. 63-36620 gazette, for example.

## 【0025】

## [0025]

## 【化4】

## [COMPOUND 4]



## 【0026】

〔式中、R<sup>19</sup>は炭素数1～5の炭化水素基を示し、R<sup>20</sup>は炭素数6～16の炭化水素基を示し、Mはアルキレン基を示し、R<sup>21</sup>は基-(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>-(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub>OR<sup>22</sup>(R<sup>22</sup>は水素原子又は低級アルキル基を示し、m及びnはm≥nで、かつ-(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>-(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub>の分子量が600～3500となる数を示す)を示し、zは1～3の数を示し、x及びyは、x<3yで、かつx+y+z=30～400となる数を示す。但し、

## [0026]

[in the formula, R<sup>19</sup> shows the hydrocarbon group of carbon number 1-5.

R<sup>20</sup> shows the hydrocarbon group of carbon numbers 6-16.

M shows an alkylene group.

R<sup>21</sup> is group-(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>-(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub>OR<sup>22</sup> (R<sup>22</sup> shows a hydrogen atom or a lower alkyl group. m and n are m≥n. and it is the number by which the molecular weight of -(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>-(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub> is 600-3500).

Z shows the number of 1-3.

X and y are x<3y, and show the number of x+y+z=30-400.

However, total weight of -(OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>-(OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub> does not exceed one third of polyether \* alkyl modified silicone total weights]

— (OC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>m</sub>— (OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>)<sub>n</sub>  
 —の総重量はポリエーテル・アルキル変性シリコーン全重量の1/3を超えない]

**【0027】**

(B) 成分のポリエーテル・アルキル変性シリコーンの一例を表わす(5)式中、R<sup>19</sup>の炭素数1～5の炭化水素基としては、アルキル又はアルケニル基、例えばメチル基、エチル基、イソプロピル基、ブチル基、ペンチル基、又はビニル基等が挙げられ、このうち特にメチル基が好ましい。

**【0028】**

また、(5)式中、R<sup>20</sup>の炭素数6～16の炭化水素基として好ましいものとしては、例えばヘキシル基、ペプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基等の直鎖アルキル基、イソオクチル基、sec-オクチル基、2-エチルヘキシル基等の分岐鎖アルキル基等が挙げられ、このうち特にドデシル基が好ましい。尚、本発明においてy>1である場合、それぞれのR<sup>20</sup>は同一の基であっても二種以上の異なる基の組み合わせであってもよい。

**【0029】**

(5) 式中、Mのアルキレン基としては、例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、トリメチレン基、ブチレン基等が挙げられ、このうち特にプロピ

**[0027]**

As the hydrocarbon group of carbon number 1-5 of R<sup>19</sup> in the FORMULA (5) showing an example of the polyether \* alkyl modified silicone of (B) ingredient, an alkyl or an alkenyl group, for example, methyl group, an ethyl group, an isopropyl group, a butyl group, a pentyl group, or a vinyl group is mentioned.

Among these, in particular a methyl group is preferable.

**[0028]**

Moreover, as preferable as a hydrocarbon group of the carbon numbers 6-16 of R<sup>20</sup> in a FORMULA (5), for example, straight alkyl groups, such as a hexyl group, a heptyl group, an octyl group, a nonyl group, a decyl group, a undecyl group, the dodecyl, a tetradecyl group, and a hexadecyl group, and branched alkyl groups, such as an isooctyl group, sec-octyl group, and 2-ethylhexyl group, etc. are mentioned.

Among these, in particular the dodecyl is preferable.

In addition, each R<sup>20</sup> may be the same group or the combination of 2 sort or more of a different group when it is y>1 in this invention.

**[0029]**

As alkylene of M in (5) formula, for example, a methylene group, an ethylene, a propylene group, a trimethylene group, a butylene group, etc. are mentioned. Among these, especially a propylene group and a trimethylene group are desirable.

レン基、トリメチレン基が好ましい。

**[0030]**

(5) 式中、 $R^{21}$ は基 $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n-OR^{22}$ を示す。ここで、 $R^{22}$ としては水素原子又はメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基等の低級アルキル基が挙げられるが、このうち特に水素原子が好ましい。また、 $m$ 及び $n$ は $m \geq n$ であり、かつ $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n-$ の分子量が600~3500となる数を示すが、本発明における $m$ 及び $n$ の値の特に好ましい例としては、 $m=15$ で $n=0$ ； $m=n=18$ ； $m=n=25$ ；あるいは $m=29$ で $n=7$ が挙げられる。

**[0031]**

また、(5) 式中、 $z$ は1~3の数を示し、 $x$ 及び $y$ は $x < 3y$ であり、かつ $x+y+z=30 \sim 400$ となる数を示すが、 $x$ は0~100、特に0が好ましく、 $y$ は $y+z=30 \sim 70$ となる数が好ましく、 $z$ は2以下が好ましい。

**[0032]**

尚、本発明においては、最終的に $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n-$ の総重量がポリエーテル・アルキル変性シリコーン(5)の総重量の1/3を超えてはならない。

**[0033]**

かかる、ポリエーテル・アルキ

**[0030]**

((5))  $R^{21}$  shows group $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n-OR^{22}$  in the formula.

Here, as  $R^{22}$ , lower alkyl groups, such as a hydrogen atom or a methyl group, an ethyl group, a propyl group, an isopropyl group, and a butyl group, are mentioned.

However, among these, a hydrogen atom is in particular preferable.

Moreover,  $m$  and  $n$  are  $m \geq n$ , and is the number in which the molecular weight of  $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n$  is 600-3500.

However as especially preferable example of the value of  $m$  and  $n$  in this invention,  $m=15$  and  $n=0$ ;  $m=n=18$ ;  $m=n=25$ ; or  $n=7$  and  $m=29$ , are mentioned.

**[0031]**

Moreover,  $z$  shows the number of 1-3 in a FORMULA (5).

$x$  and  $y$  are  $x < 3y$ .

And it is the number of  $x+y+z=30-400$ .

However, as for  $x$ , 0-100, especially 0 are desirable. The number of  $y$  forming  $y+z=30-70$  is desirable. As for  $z$ , two or less are desirable.

**[0032]**

In addition, in this invention, the final total weight of  $-(OC_2H_4)_m-(OC_3H_6)_n-$  must not exceed one third of the total weight of polyether \* alkyl modified silicone (5).

**[0033]**

Such a polyether \* alkyl modified silicone (5)



ル変性シリコーン (5) は市販されているものを使用することができ、その具体例としては東レ・ダウコーニング・シリコーン (株) から販売されている「DC Q2-5200」(ラウリルメチコンコポリオール; 式 (5) で  $R^{19} = CH_3$ 、 $R^{20} = C_{12}H_{25}$ 、 $x = 0$ )、グレン (Glenn) 社より販売されている「アビル (ABIL) B9806」(セチルジメチコンコポリオール; 式 (5) で  $R^{19} = CH_3$ 、 $R^{20} = C_{16}H_{33}$ 、 $x = 0$ ) などが挙げられる。

#### 【0034】

本発明において、これらの (B) 成分の変性シリコーンは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができ、乳化安定性及び使用感の面から、本発明油中水型乳化組成物中に 0.05 ~ 10%、好ましくは 0.1 ~ 6% 配合される。

#### 【0035】

本発明に用いられる (C) 成分の油剤としては、通常化粧料などに用いられるものであれば特に限定されず、天然動・植物由来又は合成された、液状油、ペースト状油又は固形状油のいずれをも使用することができる。具体的には、ジメチルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、オクタメチルシクロペンタシロキサン、デカメチルシクロペン

can use the thing is marketed.

As the example, "DC Q2-5200" currently sold from Toray \* Dow Corning \* silicone Co., Ltd. (Lauryl methicone copolyor; in formula (5),  $R^{19} = CH_3$ ,  $R^{20} = C_{12}H_{25}$ , and  $x = 0$ ), and "ABIL B9806" currently sold from the grain (Glenn) company (Cetyl dimethicone copolyol; in formula (5),  $R^{19} = CH_3$ ,  $R^{20} = C_{16}H_{33}$ , and  $x = 0$ ) are mentioned.

#### 【0034】

In this invention, the modified silicone of these (B) components is independent, or can combine and use 2 or more kinds.

From an emulsion stability and the surface of a feeling, it is 0.05-10% in this invention water-in-oil emulsion composition.

Preferably, it compounds 0.1 to 6%.

#### 【0035】

As an oil substance of (C) ingredient used for this invention, especially if usually used for cosmetics etc., it will not be limited. Any of natural-animals and plants-originated, or were synthesized liquid oil, paste-like oil or solid form oil can be used.

Specifically, silicone oils other than (B) ingredients, such as a dimethyl polysiloxane, a dimethyl cyclo polysiloxane, a methylphenyl polysiloxane, a methyl hydrogen polysiloxane, an octamethylcyclo tetrasiloxane, octamethyl cyclopenta siloxane, and deca methyl cyclopenta siloxane.; Vegetable oils, such as avocado oil, camellia oil, macadamia-nut oil, olive oil, and a jojoba oil; Fatty acids, such as an oleic acid and an iso stearic acid; Alcohols, such as a hexadecyl alcohol and oleyl alcohol;

タシロキサン等の (B) 成分以外のシリコーン油; アボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、オリーブ油、ホホバ油等の植物油; オレイン酸、イソステアリン酸等の脂肪酸; ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール等のアルコール類; 2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸-2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、2-エチルヘキサン酸ジグリセリド、ジ-パラメトキシケイヒ酸-モノ-2-エチルヘキサン酸グリセリル等のエステル類; グリセライド類; 流動パラフィン、スクワレン、スクワラン等の液状炭化水素油などが挙げられる。特に油剤として、揮発性シリコーンやイソパラフィン等の低沸点炭化水素油等の揮発性油剤を配合すると、べたつきがなく、のびがなめらかになり、また使用後に揮発して肌に残らず、仕上り膜の密着性と持続性が高められるので好ましい。

#### 【0036】

本発明において、これらの (C) 成分の油剤は単独で又は二種以

ester, such as

2-ethyl hexanoic acid cetyl, a palmitic acid-2-ethylhexyl, myristic acid-2-octyl dodecyl, di-2-ethyl hexanoic acid neopentyl glycol, tri-2-ethyl hexanoic acid glycerol, an oleic acid-2-octyl dodecyl, isopropyl myristate, a triiso stearic acid glycerol, a tri-2-ethyl hexanoic acid glycerol, oleic acid-2-octyl dodecyl, an isopropyl myristate, a triiso stearic acid glycerol, 2-ethyl hexanoic acid diglyceride and a di-paramethoxy cinnamic acid-mono 2-ethyl hexanoic acid glyceryl; Glycerides; Liquid hydrocarbon oil, such as a liquid paraffin, a squalene, and squalane, etc. is mentioned.

If volatile oil substances, such as low boiling point hydrocarbon oil, such as volatile silicone and an isoparaffin, are blended especially as an oil substance, there is no greasiness and a spread becomes smooth.

Moreover it volatilizes after usage and it does not remain in the skin. Adhesion and the sustainability of a completed membrane are raised. Thus it is desirable.

#### 【0036】

In this invention, the oil substance of these (C) components is used alone, or as a mixture.

上を組み合わせる用いることができ、その配合量も乳化組成物に用いられる量であれば特に限定されないが、使用感及び製品の安定性の面から、通常本発明の油中水型乳化組成物中に5～90%、好ましくは20～60%配合される。

**【0037】**

また、(D)成分の水は乳化安定性及び使用感の面から、本発明油中水型乳化組成物中に10～90%、好ましくは30～80%配合される。

**【0038】**

更に、本発明の油中水型乳化組成物には、本発明の効果を損わない範囲において、上記必須成分以外の通常化粧品、医薬部外品、医薬品等に用いられる各種任意成分を適宜配合することができる。かかる任意成分としては、例えば精製水、エタノール、保湿剤、増粘剤、防腐剤、薬効成分、粉体、紫外線吸収剤、色素、香料、乳化安定剤、pH調整剤等を挙げることができる。具体的には、保湿剤としてはソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール、セラミド等が挙げられ、増粘剤としてはカルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ポリ

It will not be limited in particular if it is the quantity in which the compounding quantity is also used for an emulsion composition.

However, it blends five to 90%, preferably 20-60% into the water-in-oil emulsion composition of this invention usually from a feeling in use and the stability of a product.

**[0037]**

Moreover, water of (D) ingredient is blended ten to 90% (preferably 30-80%) into this invention water-in-oil emulsion composition from an emulsion stability and the side of a feeling in use.

**[0038]**

Furthermore, various arbitrary ingredients other than an above essential component usually used for cosmetics, a quasi-drug, a pharmaceutical, etc. can be suitably blended in range which does not spoil effect of this invention with the water-in-oil emulsion composition of this invention.

As such an arbitrary component, for example, a purified water, an ethanol, a moisturizer, a thickener, preservative, a medicinal component, a powder, a ultraviolet absorber, a pigment, a flavor, an emulsification stabilizer, pH regulator, etc. can be mentioned.

Specifically, sorbitol, a xylitol, glycerol, maltitol, a propylene glycol, 1,3- butylene glycol, 1,4- butylene glycol, sodium pyrrolidone carboxylate, lactic acid, a sodium lactate, polyoxypropylene fatty acid ester, polyethyleneglycol, a ceramide, etc. are mentioned as a moisturizer.

As a thickener, water soluble polymers, such as a carboxy vinyl polymer, carboxymethylcellulose, polyvinyl alcohol, a carrageenan, gelatin, and electrolytes, such as sodium chloride, a potassium chloride, and magnesium sulfate, etc. are mentioned.

As preservative, urea, the methylparaben, an ethylparaben, a propylparaben, the



**【実施例】**

以下、実施例を挙げて本発明をさらに説明するが、本発明は、これら実施例に限定されるものではない。

**【0041】****実施例 1**

表 2 及び表 3 に示す組成の油中水型乳化組成物を調製し、次の基準により、乳化安定性及び使用テストによる官能面から評価を行った。結果を表 2 及び表 3 に示す。

**【0042】****【表 1】****評価基準**

(乳化安定性評価)

- : 変化なし
  - △ : 僅かに分離・凝集発生
  - × : 分離・凝集
- (感触・のびのよさ)
- : 良好
  - △ : やや劣る
  - × : 劣る

**【0043】****【表 2】****[Example]**

Hereafter, an Example is given and this invention is explained further.

However, this invention is not limited to these Example.

**[0041]****Example 1**

The water-in-oil emulsion composition of the composition shown in Table 2 and 3 is prepared.

Following reference standard performed evaluation from the emulsion stability and the organic functions surface by the usage test.

A result is shown in Table 2 and 3.

**[0042]****[Table 1]**

Evaluation criteria

(Emulsion stability evaluation)

Circle : no change

DELTA: Slight separation \* aggregation generated

X : separation \* aggregation

(Touch \* spread)

Circle : favourable

DELTA: a little inferior

X : inferior

**[0043]****[Table 2]**

(%)

成 分		本 発 明 品				
		A	B	C	D	E
(1)ジメチルポリシロキサン (6cs)		10	10	10	10	10
(2)オクタメチルシクロヘキサシロキサン		15	15	15	15	15
(3)スクワラン		8	8	8	8	8
(4)ワセリン		2	2	2	2	2
(5)ポリオキシアルキレン変性シリコーン*1		8.0	—	0.5	0.5	3.0
(6)アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン*2		—	3.0	1.0	—	—
(7)疎水化シリカ (アエロジル RY200、日本アエロジル (株) 製)		0.5	5.0	3.0	1.0	2.0
(8)疎水化シリカ*3 (アエロジル R812、デグサ社製 (独) )		—	—	—	—	—
(9)無水シリカ (アエロジル 200、デグサ社製 (独) )		—	—	—	—	—
(10)セレシン		—	—	—	—	—
(11)グリセリン		10	10	10	10	10
(12)エタノール		5	5	5	5	5
(13)イオン交換水		残量	残量	残量	残量	残量
乳 化 安 定 性	(1ヶ月、-5℃)	○	○	○	○	○
	(1ヶ月、40℃)	○	○	○	○	○
感 触 ・ の び の よ さ		○	○	○	○	○

Row (L to R): Component, This invention A-E

Column ( top to Bottom):

(1): Dimethyl polysiloxane (6cs)

(2): Octamethyl cyclohexa siloxane

(3): Squalane

(4): Vaseline

(5): Polyoxyalkylene modified silicone

(6): Alkyl glyceryl ether modified silicone

(7): hydrophobic silica

(aerosil RY200, made by Nippon aerosil)

(8): hydrophobic silica

(aerosil R812, made by Degussa)

(9): Aerosil anhydrous

(aerosil 200, made by Degussa)

(10) : ceresin

(11): glycerin

(12): ethanol

(13): ion exchanged water (balance)

emulsion stability (one month, -5 degree C, one month, 40 degree C)

Feeling (touch), Spread

**【 0 0 4 4 】**

**[0044]**

**【表 3】**

**[Table 3]**

Row (L to R): Component, This invention A-E

Column ( top to Bottom):

(1): Dimethyl polysiloxane (6cs)

(2): Octamethyl cyclohexa siloxane

(3): Squalane

(4): Vaseline

(5): Polyoxyalkylene modified silicone

(6): Alkyl glyceryl ether modified silicone

(7): hydrophobic silica (aerosil RY200, made by Nippon aerosil)

(8): hydrophobic silica (aerosil R812, made by Degussa)

(9): Aerosil anhydrous (aerosil 200, made by Degussa)

(10) : ceresin

(11): glycerin

(12): ethanol

(13): ion exchanged water (balance)

emulsion stability (one month, -5 degree C, one month, 40 degree C)

Feeling (touch), Spread

(%)

成 分		比 較 品					
		F	G	H	I	J	K
(1)ジメチルポリシロキサン (6cs)		10	10	10	10	10	10
(2)オクタメチルシクロヘキサシロキサン		15	15	15	15	15	15
(3)スクワラン		8	8	8	8	8	8
(4)ワセリン		2	2	2	2	2	2
(5)ポリオキシアルキレン変性シリコーン*1		0.01	3.0	6.0	0.5	0.5	0.5
(6)アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン*2		—	—	—	1.0	1.0	1.0
(7)疎水化シリカ (アエロジルRY200、日本アエロジル(株)製)		2.0	0.01	15.0	—	—	—
(8)疎水化シリカ (アエロジルR812、デグサ社製(独))*3		—	—	—	3.0	—	—
(9)無水シリカ (アエロジル200、デグサ社製(独))		—	—	—	—	3.0	—
(10)セレシン		—	—	—	—	—	3.0
(11)グリセリン		10	10	10	10	10	10
(12)エタノール		5	5	5	5	5	5
(13)イオン交換水		残量	残量	残量	残量	残量	残量
乳 化 安 定 性	(1ヶ月、-5℃)	×	×	○	△	×	×
	(1ヶ月、40℃)	×	×	○	×	×	×
感 触 ・ の び の よ さ		○	○	×	○	○	×

## 【0045】

表2及び表3中の注

\*1: SH3775E、東レ・シリコーン社製、ポリエーテル変性シリコーン

\*2: (2)式において、 $R^4 \sim R^{11}$ ,  $R^{13} \sim R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$   
 (3)式( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ )、 $u$ (平均値) = 0、 $v$ (平均値) = 60、 $w$ (平均値) = 4

\*3: 疎水化シリカ(トリメチ

## [0045]

The notes in Table 2 and 3

\*1: SH3775E, made by a Toray \* silicone company, a polyether modified silicone

\*2: in FORMULA (2),  $R^4 \sim R^{11}$ ,  $R^{13} \sim R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$  (3) formula ( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ ),  $u$ (mean value) = 0,  $v$ (mean value) = 60,  $w$ (mean value) = 4

\*3: Hydrophobic silica (trimethyl silanizing aerosil), the product made from a Degussa (Germany)



ルシラン処理アエロジル)、デグ  
サ社製(独)

## 【0046】

表2及び表3の結果から明らかな如く、本発明の油中水型乳化組成物は、経時変化がなく、安定性に優れ、しかも使用感触や使用性においても満足できるものであった。

## 【0047】

## 実施例2

下記組成の保湿クリームを下記製法に従って調製した。

## 【0048】

## 【表4】

(組 成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) グリセリン	5.0
(3) 1,3-ブタンジオール	5.0
(4) 硫酸マグネシウム	0.5
(5) ホホバ油	3.0
(6) ワセリン	2.0
(7) スクワラン	5.0
(8) アミド誘導体*	3.0
(9) コレステリルイソステアレート	0.5

## [0046]

Clear from the result of Table 2 and 3, the water-in-oil emulsion composition of this invention does not have a variation in time course. It excels in a stability.

And it was what can be satisfied also in the usage touch or usability.

## [0047]

## Example 2

Moisture keeping cream of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

## [0048]

## [Table 4]

(Composition)	(%)
(1) Ion exchange water	Residual amount
(2) Glycerol	5.0
(3) 1,3- butanediol	5.0
(4) Magnesium sulfate	0.5
(5) Jojoba oil	3.0
(6) Vaseline	2.0
(7) Squalane	5.0
(8) Amido derivative *4	3.0
(9) Cholesteryl	isostearate
(10) Iso stearyl glyceryl ether	0.5
(11) Methylphenyl polysiloxane	0.5
(12) Dimethyl polysiloxane (6cs)	3.0
(13) Octamethyl cyclohexa siloxane	5.0
(14) Hydrophobization silica	20.0
(An aerosil RY200, made by Nippon Aerosil Co. Ltd.)	3.0

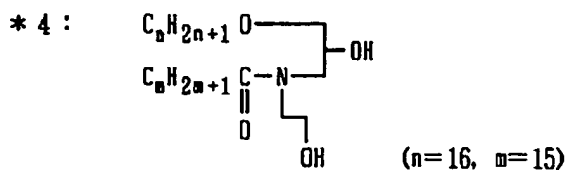
- (10) イソステアリルグリセ  
リ ル エ ー テ ル  
0.5
- (11) メチルフェニルポリシ  
ロ キ サ ン  
3.0
- (12) ジメチルポリシロキサ  
ン ( 6 CS )  
5.0
- (13) オクタメチルシクロヘ  
キ サ シ ロ キ サ ン  
20.0
- (14) 疎水化シリカ  
(アエロジルR Y 20  
0、日本アエロジル (株) 製)  
3.0
- (15) アルキルグリセリルエ  
ーテル変性シリコーン \*5  
1.0
- (16) ポリオキシアルキレン  
変性シリコーン  
(KF6015、信越  
シリコーン社製、ポリエーテル  
変性シリコーン)  
1.0
- (15) Alkyl glyceryl ether modified silicone \*5  
1.0
- (16) Polyoxyalkylene modified silicone  
(KF6015, made by a Shinetsu silicone  
company, polyether modified silicone)  
1.0

[0049]

[0049]

【化5】

[COMPOUND 5]



- \*5: (2) 式において、 $R^4 \sim R^{11}$ ,  $R^{13} \sim R^{15} = \text{CH}_3$ 、  
 $R^{12} = (3)$  式 ( $Q = -\text{C}_{11}\text{H}_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = \text{H}$ )、  
 $u$  (平均値) = 0、 $v$  (平均値) = 60、 $w$  (平均値) = 4

\*5: In the formula (2),  
 $u$ (average),  $v$  (average),  $w$  (average)

**【0050】**

(製法)

(5)～(16)を80℃で加熱溶解後、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)～(4)を添加し乳化分散する。その後、室温まで攪拌冷却して目的の保湿クリームを得る。

**[0050]**

(Manufacturing method)

After heat-dissolving (5)-(16) at 80 degree C, (1)-(4) beforehand heated at 70 degree C is added. It emulsify-disperses.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature. Target moisture keeping cream is obtained.

**【0051】**

実施例3

下記組成のハンドローションを下記製法に従って調製した。

**[0051]**

Example 3

The hand lotion of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

**【0052】****[0052]****【表5】**

(組 成)	(%)
(1) イオン交換水	
残量	
(2) ジプロピレングリコール	
ル	5.0
(3) グリセリン	25.0
(4) 1,3-ブチレングリ	
コ ー ル	5.0
(5) 塩化ナトリウム	2.0
(6) 防 腐 剤	0.1
(7) デカメチルシクロペン	
タ シ ロ キ サ ン	15.0
(8) ジメチルポリシロキサ	
ン	6.0
(9) ソルビタンセスキイソ	

**[Table 5]**

(Composition)	(%)
(1) Ion exchange water	Residual
amount	
(2) Dipropylene glycol	5.0
(3) Glycerol	25.0
(4) 1,3-butylene glycol	5.0
(5) Sodium chloride	2.0
(6) preservative	0.1
(7) Deca methyl cyclopenta siloxane	15.0
(8) Dimethyl polysiloxane	6.0
(9) Sorbitan sesqui isostearate	2.0
(10) Polyoxyalkylene modified silicone	
(Toray * SH3775E, made by Toray X silicone company)	
)	3.0
(11) Squalane	3.0
(12) Hydrophobization silica	
(An aerosil RY200, made by Nippon Aerosil Co. Ltd.)	1.0
(13) Antioxidant	0.05
(14) flavor	0.3

ステアレート

2. 0

(10) ポリオキシアルキレン  
変性シリコーン

(SH3775E、東  
レ・シリコーン社製)

3. 0

(11) スクワラン

3. 0

(12) 疎水化シリカ

(アエロジルRY20  
0、日本アエロジル(株)製)

1. 0

(13) 酸化防止剤

0. 05

(14) 香料

0. 3

#### 【0053】

(製法)

(7)～(14)を70℃で加熱攪拌溶解後、あらかじめ70℃に加熱しておいた(1)～(6)を添加し、乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的のハンドローションを得る。

#### 【0053】

(Manufacturing method)

After it heat-stir-dissolved (7)-(14) at 70 degree C, (1)-(6) beforehand heated at 70 degree C is added.

It emulsify-disperses.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature, and a target hand lotion is obtained.

#### 【0054】

実施例4

下記組成の乳化ファンデーションを下記製法に従って調製した。

#### 【0054】

Example 4

Emulsification foundation of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

#### 【0055】

#### 【0055】

#### 【表6】

(組成)  
(%)  
(1) イオン交換水  
残量  
(2) グリセリン

#### 【Table 6】

(Composition)	(%)
(1) Ion exchange water	Residual
amount	
(2) Glycerol	25.0
(3) Magnesium sulfate	
2.0	

25.0	(3) 硫酸マグネシウム	(4) Hyaluronic acid sodium	0.1
2.0	(4) ヒアルロン酸ナトリウム	(5) preservative	0.3
0.1	(5) 防腐剤	(6) Glyceryl	isooctanate
0.3	(6) グリセリルイソオクタネ	(7) Hydrophobization silica	5.0
5.0	(7) 疎水化シリカ	(An aerosil RY200, made in Nippon Aerosil Co. Ltd.)	3.0
0. 日本アエロジル (株) 製)	(アエロジル RY200	(8) Deca methyl cyclopenta siloxane	10.0
3.0	(8) デカメチルシクロペンタシロキサン	(9) Dimethyl polysiloxane (6cs)	5.0
10.0	(9) ジメチルポリシロキサン (6 cs)	(10) Alkyl glyceryl ether modified silicone *6	4
5.0	(10) アルキルグリセリルエーテル変性シリコーン *6	Zero	
4.0	(11) 防腐剤	(11) preservative	0.1
0.1	(12) 香料	(12) flavor	0.3
0.3	(13) 混合顔料 (疎水化処理)	(13) Mixed pigment (hydrophobization treatment) sericite	7.4
7.4	セリサイト	Talc	1.0
1.0	タルク	Zinc oxide	2.0
2.0	酸化亜鉛	Titanium oxide	8.0
8.0	酸化チタン	Iron oxide yellow	1.0
1.0	酸化鉄黄	Iron oxide red	0.4
0.4	酸化鉄赤	Iron black	0.2
	酸化鉄黒		

0. 2

**【0056】**

\* 6 : (2) 式において、 $R^4 \sim R^{11}$ ,  $R^{13} \sim R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$   
 (3) 式 ( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ )、 $u$  (平均値) =  
 0、 $v$  (平均値) = 60、 $w$  (平均値) = 4

**[0056]**

\*6: In FORMULA (2),  $R^4 - R^{11}$ ,  $R^{13}$ ,  $R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$  (3) formula ( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ ),  $u$ (mean value) = 0,  $v$ (mean value) = 60,  $w$ (mean value) = 4

**【0057】**

(製法)

(6) ~ (12) を 70℃ で加熱攪拌溶解後 (13) を添加分散し、あらかじめ 70℃ に加熱しておいた (1) ~ (5) を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の乳化ファンデーションを得る。

**[0057]**

(Manufacturing method)

After heat-stir-dissolving the (6) -(12) at 70 degree C, (13) is add-dispersed. (1)-(5) beforehand heated at 70 degree C is added and emulsify-dispersed.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature. Target emulsification foundation is obtained.

**【0058】**

実施例 5

下記組成の乳化ファンデーションを下記製法に従って調製した。

**[0058]**

Example 5

Emulsification foundation of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

**【0059】****[0059]****【表 7】**

(組 成)	(%)
(1) イオン交換水	残量
(2) ジプロピレングリコール	10.0
(3) 硫酸マグネシウム	2.0
(4) 防腐剤	0.3
(5) デカメチルシクロペン	

**[Table 7]**

(Composition)	(%)
(1) Ion exchange water	Residual amount
(2) Dipropylene glycol	10.0
(3) Magnesium sulfate	2.0
(4) preservative	0.3
(5) Deca methyl cyclopenta siloxane	15.0
(6) Dimethyl polysiloxane	5.0
(7) Liquid paraffin	3.0
(8) Polyoxyalkylene modified silicone	
(SH3775E, made by Toray * silicone ] company)	

タ シ ロ キ サ ン	1.5		
15.0	(9) Polyoxyalkylene modified silicone		
(6) ジメチルポリシロキサ	(KF6015, made by Shinetsu silicone Co., Ltd.)		
ン	1.5		
5.0	Nud		
(7) 流動パラフィン	10) Palmitic acid	0.5	
3.0	(11) Antioxidant	0.05	
(8) ポリオキシアルキレン	(12) flavor	0.3	
変性シリコーン	(13) Hydrophobization silica		
(SH3775E、東	(An aerosil RY200, made in Nippon Aerosil Co.		
レ・シリコーン社製)	Ltd.)	5.0	
1.5	(14) A mixed pigment		
(9) ポリオキシアルキレン	Sericite	8.03	
変性シリコーン	Titanium oxide	6.0	
(KF6015、信越	Iron oxide yellow	0.6	
シリコーン(株)製)	Iron oxide red	0.25	
1.5	Iron black	0.12	
(10) パルミチン酸			
0.5			
(11) 酸化防止剤			
0.05			
(12) 香料			
0.3			
(13) 疎水化シリカ			
(アエロジルRY20			
0、日本アエロジル(株)製)			
5.0			
(14) 混合顔料			
セリサイト			
8.03			
酸化チタン			
6.0			
酸化鉄黄			
0.6			
酸化鉄赤			
0.25			
酸化鉄黒			
0.12			

【0060】

(製法)

(5) ~ (13) を70℃で加

[0060]

(Manufacturing method)

After carrying out heating stir-dissolving of

熱攪拌溶解後 (14) を添加分散し、あらかじめ 70℃ に加熱しておいた (1) ~ (4) を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の乳化ファンデーションを得る。

(5)-(13) at 70 degree C, addition dispersion of (14) is carried out. (1)-(4) beforehand heated at 70 degree C is added and emulsify-dispersed.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature. Target emulsification foundation is obtained.

**【0061】**

**実施例 6**

下記組成の化粧下地を下記製法に従って調製した。

**[0061]**

**Example 6**

The cosmetic foundation of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

**【0062】**

**[0062]**

**【表 8】**

(組 成)	(%)
(1) イオン交換水	
残量	
(2) 硫酸マグネシウム	0.5
(3) 1,3-ブチレングリ	10.0
コ ー ル	
(4) ポリエチレングリ	10.0
ル (M = 400)	
(5) 防 腐 剤	0.2
(6) セチルイソオクタネー	2.0
ト	
(7) オクタメチルシクロテ	2.0
トラシロキサン	
(8) デカメチルシクロペン	5.0
タシロキサン	
(9) ジメチルポリシロキサ	5.0
ン (6. cs)	

**[Table 8]**

(Composition)	(%)
(1) Ion exchange water	Residual amount
(2) Magnesium sulfate	0.5
(3) 1,3- butylene glycol	10.0
(4) Polyethyleneglycol	(M= 400)
(5) preservative	0.2
(6) Cetyl isooctanate	2.0
(7) Octamethylcyclo	tetrasiloxane
(8) Deca methyl cyclopenta	siloxane
(9) Dimethyl polysiloxane	(6cs)
(10) Liquid paraffin	(120cs)
(11) Dioctadecyl dimethyl ammonium chloride	0.2
(12) Squalane	1.5
(13) Oleyl alcohol	0.5
(14) Stearic acid	0.5
(15) Alkyl glyceryl ether modified silicone *7	4.0
(16) Hydrophobization silica	
(An aerosil RY200, made by Nippon Aerosil Co. Ltd.)	1.0
(17) flavor	0.3



(10) 流動パラフィン (12 0 cs )	(18) A mixed pigment Microparticle Titanium oxide
3.0	3.0
(11) ジオクタデシルジメチ ルアンモニウムクロライド	Cobalt titanate 0.5
0.2	Talc 1.5
(12) スクワラン	Nylon powder (grain size of 5 microns)
1.5	1.0
(13) オレイルアルコール	
0.5	
(14) ステアリン酸	
0.5	
(15) アルキルグリセリルエ ーテル変性シリコーン <sup>7</sup>	
4.0	
(16) 疎水化シリカ (アエロジルR Y 20 0、日本アエロジル (株) 製)	
1.0	
(17) 香料	
0.3	
(18) 混合顔料 微粒子酸化チタン	
3.0	
コバルトチタネート	
0.5	
タルク	
1.5	
ナイロンパウダー (粒 径 5 ミクロン)	
1.0	

**【0063】**

\*7: (2) 式において、 $R^4 \sim R^{11}$ ,  $R^{13} \sim R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$   
 (3) 式 ( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ )、 $u$  (平均値) =  
 0、 $v$  (平均値) = 60、 $w$  (平  
 均値) = 4

**【0064】**

(製法)

**[0063]**

\*7: In FORMULA (2),  $R^4 - R^{11}$ ,  $R^{13} -$   
 $R^{15} = CH_3$ ,  $R^{12} =$  (3) formula ( $Q = -C_{11}H_{22}-$ ,  
 $R^{16}$ ,  $R^{17} = H$ ),  $u$ (mean value) = 0,  $v$ (mean  
 value) = 60,  $w$ (mean value) = 4

**[0064]**

(Manufacturing method)

(6) ~ (17) を 70℃ に加熱攪拌溶解後 (18) を添加分散し、あらかじめ 70℃ に加熱しておいた (1) ~ (5) を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の化粧下地を得る。

After heat-stir-dissolving (6) - (17) at 70 degree C, addition dispersion of (18) is carried out. (1)-(5) beforehand heated at 70 degree C is added and emulsify-dispersed.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature. A cosmetic target foundation is obtained.

### 【0065】

#### 実施例 7

下記組成のサンスクリーンを下記製法に従って調製した。

### [0065]

#### Example 7

The sun screen of the following composition was prepared according to the following manufacturing method.

### 【0066】

### [0066]

#### 【表 9】

(組 成)	(%)
(1) イオン交換水	
残量	
(2) 硫酸マグネシウム	1.5
(3) プロピレングリコール	15.0
(4) 防腐剤	0.3
(5) セタノール	0.5
(6) ステアリン酸	0.5
(7) トリメチルシロキシシリケート	1.0
(8) デカメチルオクタシロキサン	15.0
(9) 流動パラフィン (70cs)	3.0
(10) オリーブ油	2.0

#### [Table 9]

(Composition)	(%)	Residual
(1) Ion exchange water amount		
(2) Magnesium sulfate	1.5	
(3) Propylene glycol	15.0	
(4) preservative		0.3
(5) Cetanol	0.5	
(6) Stearic acid	0.5	
(7) Trimethyl siloxy silicate	1.0	
(8) Deca methyl octa siloxane	15.0	
(9) Liquid paraffin 3.0 (70cs)		
(10) Olive oil	2.0	
(11) Polyoxy Alkylene modified silicone (SH3775E, made by Toray * silicone company)		8.0
(12) Hydrophobization silica (An aerosil RY200, made by Nippon Aerosil Co. Ltd.)	4.0	
(13) Lanolin	1.0	
(14) Vitamin E acetate	0.1	
(15) Antioxidant	0.05	
(16) flavor	0.2	
(17) Mixed pigment (hydrophobization treatment) microparticle titanium oxide		

(11) ポリオキシアルキレン 変性シリコーン (SH3775E、東 レ・シリコーン社製) 8.0	5.0 Sericite 9.35 Zinc oxide 5.0 Iron oxide yellow 0.5 Iron oxide red 0.15 Nylon powder (grain size of 5 microns) 5.0
(12) 疎水化シリカ (アエロジルRY20 0、日本アエロジル(株)製) 4.0	
(13) ラノリン 1.0	
(14) ビタミンEアセテート 0.1	
(15) 酸化防止剤 0.05	
(16) 香料 0.2	
(17) 混合顔料(疎水化処理) 微粒子酸化チタン 5.0	
セリサイト 9.35	
酸化亜鉛 5.0	
酸化鉄黄 0.5	
酸化鉄赤 0.15	
ナイロンパウダー(粒 径 5 ミクロン) 5.0	

**【0067】**

(製法)

(5) ~ (16) を 70℃ に加熱攪拌溶解後 (17) を添加分散し、あらかじめ 70℃ に加熱しておいた (1) ~ (4) を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的のサンスクリーンを得る。

**[0067]**

(Manufacturing method)

After heat-stir-dissolving (5)-(16) at 70 degree C, addition dispersion of (17) is carried out. (1)-(4) beforehand heated at 70 degree C is added and emulsify-dispersed.

After that, stir cooling is carried out to a room temperature. A target sun screen is obtained.

【0068】

[0068]

## 【発明の効果】

以上詳述した如く、本発明の油中水型乳化組成物は、乳液状から固形状のものまで幅広い範囲の粘度領域のものを容易に調製することが可能であり、油剤中にシリコン油を多くの割合で含んでいても、乳化状態が良好で温度による影響を受けず、経時安定性にも優れている。また良好な感触や使用性を有するため、化粧品などの基剤として好適であり、きわめて有用性の高いものである。

## [EFFECT OF THE INVENTION]

As explained in full detail above, the water-in-oil emulsion composition of this invention can prepare easily in the viscosity region of a wide range from the shape of a milky lotion to a solid.

Even when the silicone oil is contained at many ratio in the oil substance, an emulsification state is favourable and does not receive the influence by temperature. It excels also in the time-dependent stability.

Moreover since it has the favourable touch and favourable usability, it is suitable as bases, such as cosmetics.

It is a highly useful thing very.

## 【手続補正書】

## [AMENDMENTS]

## 【提出日】

平成5年9月10日

## [Filing date]

September 10th, Heisei 5

## 【手続補正1】

## [Amendment 1]

【補正対象書類名】  
明細書

[Title of document for amendment]  
Specification

【補正対象項目名】 0038

[Item to be amended] 0038

【補正方法】 変更

[Method of amendment] Alteration

## 【補正内容】

## [Content of amendment]

【0038】

更に、本発明の油中水型乳化組成物には、本発明の効果を損わない範囲において、上記必須成分以外の通常化粧品、医薬部外品、医薬品等に用いられる各種

[0038]

Furthermore, various arbitrary ingredients other than an above essential component usually used for cosmetics, a quasi-drug, a pharmaceutical, etc. can be suitably blended in range which does not spoil effect of this invention with the water-in-oil emulsion

任意成分を適宜配合することができる。かかる任意成分としては、例えば精製水、エタノール、保湿剤、増粘剤、防腐剤、薬効成分、粉体、紫外線吸収剤、色素、香料、乳化安定剤、pH調整剤等を挙げることができる。具体的には、保湿剤としてはソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール、セラミド等が挙げられ、増粘剤としてはカルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、カラギーナン、ゼラチン等の水溶性高分子、塩化ナトリウム、塩化カリウム、硫酸マグネシウム等の電解質などが挙げられ、防腐剤としては尿素、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、安息香酸ナトリウム等が挙げられ、粉体としてはタルク、セリサイト、マイカ、カオリン、ベントナイト、バーミキュライト、亜鉛華、雲母、雲母チタン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、硫酸バリウム、ベンガラ、酸化鉄、群青等が挙げられ、pH調整剤としては乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム等の緩衝剤、パーソールMCX、パーソール1789、エスカロール507等の紫外線吸収剤、アスコルビン酸

composition of this invention.

As such an arbitrary component, for example, a purified water, an ethanol, a moisturizer, a thickener, preservative, a medicinal component, a powder, a ultraviolet absorber, a pigment, a flavor, an emulsification stabilizer, pH regulator, etc. can be mentioned.

Specifically, sorbitol, a xylitol, glycerol, maltitol, a propylene glycol, 1,3-butylene glycol, 1,4-butylene glycol, sodium pyrrolidone carboxylate, lactic acid, a sodium lactate, polyoxypropylene fatty acid ester, polyethyleneglycol, a ceramide, etc. are mentioned as a moisturizer.

As a thickener, water soluble polymers, such as a carboxy vinyl polymer, carboxymethylcellulose, polyvinyl alcohol, a carrageenan, and gelatin, and electrolytes, such as sodium chloride, a potassium chloride, and magnesium sulfate, etc. are mentioned.

As preservative, urea, the methylparaben, an ethylparaben, a propylparaben, the butylparaben, a sodium benzoate, etc. are mentioned. As a fine particle, a talc, sericite, a mica, kaoline, a bentonite, a vermiculite, a zinc white, a mica, mica titanium, a titanium oxide, magnesium oxide, a zirconium oxide, barium sulfate, red ocher, an iron oxide, ultramarine blue, etc. are mentioned.

As a pH regulator, buffers, such as a lactic acid-sodium lactate and citric acid-sodium citrate, ultraviolet absorbers, such as per sole MCX, the per sole 1789, and the ESCA roll 507, and medicinal ingredients, such as an ascorbic acid derivative, are mentioned.

誘導体等の薬効成分が挙げられる。